

Preparatyka zglądów do badań makro i mikroskopowych pochodzących ze zgrzewanych tarciowo złączy różnoimiennych stalowych oraz ich ocena w odniesieniu do obowiązujących norm

Małgorzata OSTROMEŃKA¹, Michał SZYMAŃSKI²

Streszczenie

W artykule opisano sposób przygotowania do oceny makroskopowej i mikroskopowej, złączy różnoimiennych uzyskanych przez zgrzewanie tarciowo stali martenzytycznej 2H13 ze stalą zbrojeniovą B500B. Przedstawiono rezultaty trawienia i opisano trudności związane z przygotowaniem tego typu próbek do badań.

Słowa kluczowe: preparatyka zglądów, badania makroskopowe, badania mikroskopowe, złącze różnoimienne, złącza zgrzewane tarciowo

1. Wprowadzenie

Powodzenie badań makro- i mikroskopowych głównie zależy od jakości przygotowania zglądu metalograficznego. Proces ten składa się z kilku etapów i w niektórych przypadkach wymaga wielkiej ostrożności i uwagi. Procedurę preparatyki zglądu rozpoczyna się od pobierania próbek, przez szlifowanie zgrubne i dokładne, a następnie polerowanie i trawienie. W procesie przygotowania próbki, na każdym etapie obróbki jej powierzchni najważniejsze są dwie zasady:

- 1) unikanie nadmiernego nacisku na powierzchnie próbki,
- 2) unikanie przegrzania materiału próbki.

Zbyt duży nacisk na próbkę może wywołać powierzchniowe odkształcenie plastyczne, co prowadzi do zafałszowania rzeczywistego obrazu mikrostruktury badanego materiału, natomiast przegrzanie materiału może spowodować utworzenie pod wpływem ciepła nowej struktury, która nie odzwierciedla rzeczywistej struktury materiału [1]. Próbki ze złączy spajanych wycina się przez przekrój poprzeczny złącza do podłużnej osi spoiny tak, aby powierzchnia zglądu obejmowała spoinę, strefę wpływu ciepła i część materiału rodzimego. Po szlifowaniu próbki na powierzchni zglądu można już zaobserwować wady i niezgodności wewnętrzne, jak np.: pęknięcia,

braki przetopu, pęcherze przyklejenia, wtrącenia niemetaliczne oraz pewne niejednorodności fizyczne, jak zahartowanie strefy wpływu ciepła. Informacje te można jednak traktować jako pobieżne i orientacyjne, gdyż nie zawierają one większości danych istotnych do prawidłowej oceny makrostruktury złącza.

Polerowanie można przeprowadzić mechanicznie, elektrolitycznie lub chemicznie. W Laboratorium Instytutu Kolejnictwa najczęściej prowadzi się polerowanie mechaniczne, gdyż jest to uniwersalna metoda obróbki materiałów w całym spektrum twardości.

Pełną informację o makrostrukturze uzyskuje się dopiero po jej wytrawieniu w odpowiednio dobranym odczynniku metalograficznym. Rodzaj odczynnika zależy od rodzaju materiału próbki oraz od celu badania. Najczęściej stosowanym odczynnikiem makroskopowym stosowanym do stali, w szczególności przy ocenie spoin, jest odczynnik Adlera, który został opracowany w 1934 roku przez pracownika Niemieckiego Ośrodka Badawczego Kolei Rzeszy w Wittenberdze, Ottona Adlera.

W przypadku ujawniania mikrostruktury, celem jest kontrastowe zróżnicowanie poszczególnych składników mikrostruktury przez selektywne rozpuszczanie wypolerowanej powierzchni zglądu. W zależności od rodzaju zastosowanego odczynnika trawiącego można otrzymać różne obrazy mikroskopowe i uzyskać różne informacje na temat badanego materiału.

¹ Dr inż.; Instytut Kolejnictwa, Laboratorium Badań Materiałów i Elementów Konstrukcji; e-mail: mostromecka@ikolej.pl.

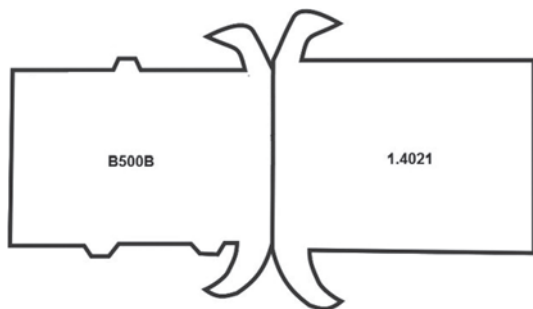
² Mgr inż.; Instytut Kolejnictwa, Laboratorium Badań Materiałów i Elementów Konstrukcji; e-mail: mszymanski@ikolej.pl.

Ze względu na przewagę badań prowadzonych na stopach żelaza z węglem, w Laboratorium Instytutu Kolejnictwa najczęściej stosuje się Nital. Odczynnik ten opracował Polak, inż. Alfons Rzeszotarski w latach 80. XIX wieku [2].

W dalszej części artykułu przedstawiono metodykę przygotowania próbek i rezultaty trawienia zglądów ze złączy różnoimiennych wytworzonych przez zgrzewanie tarciove stali zbrojeniowej B500B ze stalą martenzytyczną stopową 1.4021 (2H13). Opisano także możliwości oceny jakościowej złączy oraz identyfikacji niezgodności spawalniczych na podstawie badań makroskopowych i mikroskopowych.

2. Preparatyka zglądów

Badana próbka (rys. 1) stanowiła złącze zgrzewane tarciove, zgodnie z opracowaną technologią zgrzewania, wykonane pomiędzy prętem żebrowanym ze stali zbrojeniowej B500B i stalą stopową martenzytyczną 1.4021 (2H13). Składy chemiczne materiałów rodzimych podano w tablicach 1 i 2.



Rys. 1. Przekrój badanego złącza z oznaczeniem symboli łączonych materiałów [opracowanie własne]

Do przygotowania zglądu wykorzystano szlifierko-polerkę Rotopol-22 firmy Struers (rys. 2). Próbki szlifowano diamentowymi tarczami szlifierskimi o gradacji: 80, 120, 600, 1200, a następnie

wypolerowano je za pomocą zawiesziny diamentowej polikrystalicznej 1 μm firmy Buehler.



Rys. 2. Szlifowanie na szlifierko-polerce RotoPol-22 formy Struers w Laboratorium Badań Materiałów i Elementów Konstrukcji Instytutu Kolejnictwa [fot. M. Ostromięcka]

Podczas szlifowania szczególną uwagę zwracano na sposób dociskania próbki do tarczy. Złącze różnoimiennie było złożone z materiałów o zbliżonej twardości, lecz w obszarze zgrzeiny twardość była trzykrotnie wyższa w stosunku do materiałów rodzimych. Było to przyczyną trudności w szlifowaniu próbki, zatem kluczową rolę w powodzeniu przygotowania próbki było równomierne rozłożenie docisku na powierzchni całego zglądu. Przed polerowaniem próbkę dokładnie wypłukano pod bieżącą wodą, aby nie przenieść na sukno żadnych opiłków mogących zarysować zgląd. Polerowanie kontynuowano do zniknięcia rys pozostałych po szlifowaniu. Po polerowaniu zgląd ponownie wypłukano pod bieżącą wodą, przetarto spirytusem oraz wysuszono strumieniem gorącego powietrza.

Makrostrukturę złącza ujawniono za pomocą odczynnika Adlera. Rezultaty trawienia tym odczynnikiem przedstawiono na rysunku 3. Skład chemiczny

Tablica 1

Skład chemiczny stali zbrojeniowej (materiał rodzimy 1)

Stal zbrojeniowa B500B	C [%]	N [%]	S [%]	P [%]	Cu [%]	Równoważnik węgla C_{eq}
	$\leq 0,24$	$\leq 0,013$	$\leq 0,055$	$\leq 0,055$	$\leq 0,85$	$\leq 0,52$

[Opracowanie własne na podstawie atestów].

Tablica 2

Skład chemiczny stali martenzytycznej (materiał rodzimy 2)

Stal 1.4021 (2H13)	C [%]	Mn [%]	Si [%]	P [%]	S [%]	Cr [%]	Ni [%]	Cu [%]
	0.16 – 0.25	< 1,5	< 1,0	< 0,04	< 0,03	12,0 – 14,0	–	–

[Opracowanie własne na podstawie atestów].

odczynników trawiących, Adlera i Nital, określają normy: amerykańska ASTM E407 [3] oraz polskie (wycofane): PN-61/H-04502 [4] oraz PN-61/H-04503 [5]. Obecna polska norma przedstawiająca składy chemiczne odczynników do badań mikro- i makroskopowych jest normą spawalniczą i nosi symbol PN-CR 12361: 2002 [6]. Skład chemiczny odczynników zastosowanych podczas preparatyki podano w tablicy 3.



Rys. 3. Makrografia zgrzeiny wykonanej tarciowo. Trawienie wykonano odczynnikiem Adlera zgodnie z wycofaną normą PN-61/H-04502 [4] [fot. M. Ostromęcka]

Podczas trawienia należy obserwować powierzchnię, gdyż proces powinien być przerwany, gdy ujawniony obraz makrostruktury stanie się odpowiednio wyrazisty. Zgodnie z definicją podaną w normie PN-EN ISO 17639:2013-12 [7], termin „badania makroskopowe” odnosi się do badań wykonywanych okiem nieuzbrojonym lub przy niewielkim powiększeniu powierzchni wytrawionej lub niewytrawionej. Celem badania połączeń spawanych jest obserwacja

strefy spoiny, strefy wpływu ciepła, ilości ściągów oraz warstw, a zasadniczo ocena jakości złącza, czyli identyfikacja ewentualnych niezgodności.

Ocena jakości złącza jest dokonywana na podstawie normy PN-EN ISO 6520-1:2007 [8] dla procesów spawania, a normy PN-EN ISO 6520-2:2005 [9] dla procesu zgrzewania. Te normy wprowadzają pojęcia niezgodności spawalniczych, przy czym uwzględniając ich wielkość dzieli się je na:

- niezgodności makroskopowe (np. nadmierne wgnioty, nadtopienia, braki zgrzania itp.),
- niezgodności mikroskopowe (np. mikropęknięcia, wtrącenia niemetaliczne, kruche struktury metalograficzne itp.).

Czasami wyróżnia się również niezgodności submikroskopowe, które wykrywa się specjalnymi metodami badań zarówno niszczących, jak i nieniszczących. Badania mikroskopowe związane są z obserwacją zglądów metalograficznych w stanie trawionym lub nietrawionym z użyciem mikroskopu w zakresie powiększeń od 50 do 500 razy. Celem badań mikroskopowych złączy jest określenie składników mikrostruktury w poszczególnych obszarach złączy, wykrycie oraz identyfikacja wad, jak również niezgodności spawalniczych w skali mikro.

Identyfikacja składników struktury jest dokonywana przez obserwację ich cech morfologicznych tzn. wyglądu, kształtu, zabarwienia i rozmieszczenia. W niektórych przypadkach celowe okazuje się zastosowanie metod metalografii ilościowej, w której aktualnie zazwyczaj stosuje się wyspecjalizowane analizatory obrazu oparte na specjalistycznym oprogramowaniu komputerowym. W przypadku oceny wad i niezgodności mikroskopowych uwaga jest skierowana przede wszystkim na nieciągłości, czyli: pęknięcia, drobne zażużlenia, wtrącenia niemetaliczne, a także mikroprzyklejenia.

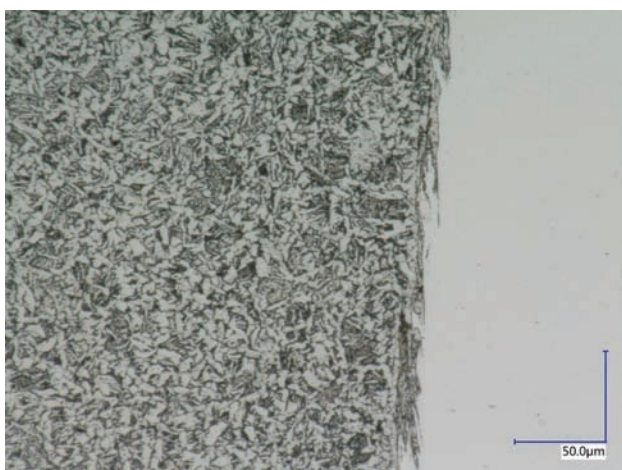
Tablica 3

Skład chemiczny odczynników Adlera i Nitalu zgodnie z istniejącymi normami

Norma	ASTM E407[3]		PN-61/H-04502 [4]	PN-61/H-04503[5]
	Adler	Nital	Adler	Nital
Skład chemiczny	9 g $(\text{NH}_4)_2\text{CuCl}_4$; 75 ml wody; 150 ml HCl; 45 g FeCl_3	1–5 ml HNO_3 ; 100 ml etanolu (95%) lub metanolu (95%)	3 g $(\text{NH}_4)_2\text{CuCl}_4$; 25 ml wody; 50 ml HCl; 15 g FeCl_3	1–5 ml HNO_3 ; 100 ml etanolu
Czas trawienia	kilka sekund	od kilku sekund do jednej minuty	kilka sekund	od kilku sekund do kilku minut
Zastosowanie	trawienie stali nierdzewnej oraz stopów Hastelloy	ujawnienie ogólnej struktury w stopach żelaza	badanie spoin – wyraźne ujawnienie spoiny i warstw napawanych	uniwersalny odczynnik trawiący do stopów żelaza

[Opracowanie własne].

Trawienie stali zawierającej martenzyt stopowy nie jest możliwe za pomocą kwasu azotowego. Z tego powodu najczęściej stosuje się odczynnik FeCl_3 (roztwór FeCl_3 w kwasie solnym i alkoholu etylowym). Odczynnik ten trawi granice ziaren i tworzy naloty na ich powierzchni, jednak zastosowanie tylko samego odczynnika Adlera, który zawiera w sobie FeCl_3 , umożliwi uzyskanie więcej informacji o mikrostrukturze (porównać rysunki 4 i 5).



Rys. 4. Zgląd po trawieniu 4% Nitaliem; mikrostruktura ferrytyczno-perlityczna ujawniona po stronie stali zbrojeniowej. Powierzchnia po stronie stali martenzytycznej pozostaje gładka, gdyż martenzyt stopowy nie ulega trawieniu pod wpływem kwasu azotowego, który jest głównym składnikiem Nitalu [fot. M. Ostromięcka]



Rys. 5. Struktura ujawniona po stronie stali martenzytycznej po wytrawieniu samym odczynnikiem Adlera; z lewej strony drobnoziarnista martenzytyczna strefa cieplno-plastyczna blisko linii zgrzewania [fot. M. Ostromięcka]

3. Możliwości oceny niezgodności połączeń spajanych na podstawie badań makro- i mikroskopowych

Ze względu na to, że badania metalograficzne należą do metod czasochłonnych, a również często kosztownych, przed przystąpieniem do ich realizacji powinno się dokonać ich optymalizacji. Z tego powodu przydatna jest wiedza na temat możliwości oceny cech charakterystycznych połączenia po zastosowaniu danej metody (tabl. 4). Zgodnie z zapisami norm PN-EN ISO 6520-1:2007 [8], dla procesów spawania, a normy PN-EN ISO 6520-2:2005 [9] dla zgrzewania, niezgodności spawalnicze klasyfikuje się następująco:

- Grupa 1 – Pęknięcia (nr 100 dla procesów spawania P 100 dla zgrzewania);
- Grupa 2 – Pustki (nr 200 dla procesów spawania P 200 dla zgrzewania);
- Grupa 3 – Wtrącenia (nr 300 dla procesów spawania P 300 dla zgrzewania);
- Grupa 4 – Przyklejenia i brak przetopu (nr 400 dla procesów spawania P 400 dla zgrzewania);
- Grupa 5 – Niezgodności kształtu (nr 500 dla procesów spawania P 500 dla zgrzewania);
- Grupa 6 Niezgodności różnorodne (nr 600 dla procesów spawania P 600 dla zgrzewania).

4. Podsumowanie

Prawidłowe przygotowanie zglądu metalograficznego jest najważniejszym etapem w badaniach makro- i mikroskopowych. W przygotowaniu zglądu złącza spawanego różnoimiennego niezwykle istotny jest równomierny docisk całej próbki do tarczy w trakcie szlifowania. W przypadku szlifowania zmechanizowanego, docisk próbki do tarczy szlifierskiej najczęściej jest punktowy, przez co próbka może zostać wyszlifowana nierównomiernie. Równomierny docisk można zapewnić, stosując uchwyty do szlifowania z bocznym mocowaniem próbek do uchwytu, jednak w wielu przypadkach, proces przygotowawczy próbek w Instytucie Kolejnictwa jest prowadzony ręcznie ze względu na duże rozmiary badanych próbek. Wymaga to dużej zręczności oraz doświadczenia i czasem musi być powtarzany kilkakrotnie. Próbkę o powierzchni ze zróżnicowaną twardością, każdorazowo są przygotowywane manualnie, co podczas przygotowania wymaga szczególnego skupienia.

Literatura

1. Łomozik M.: *Metaloznawstwo i badania metalograficzne połączeń spawanych*, Instytut Spawalnictwa, Gliwice, 2005.

Tablica 4

Możliwości oceny cech charakterystycznych przy metalograficznych badaniach makroskopowych i mikroskopowych

Opis niezgodności	Niezgodność spawalnicza wg PN-EN ISO 6520-2	Badania makroskopowe bez trawienia	Badania makroskopowe z trawieniem	Badania mikroskopowe bez trawienia	Badania mikroskopowe z trawieniem
Pęknięcie gorące	P 100	X	X	X	X
Pęknięcie zimne	P 100	X	X	X	X
Pęknięcie lamelarne	P 100	X	X	X	X
Pustki, pęcherze	P 200	X	X	X	X
Wtrącenia	P 300	X	X	X	X
Przyklejenia/braki przetopu	P 400	X	X	X	X
Niezgodności kształtu	P 500	X	X	–	–
Strefa wpływu ciepła	P 600	–	X	–	X
Ściegi i warstwy	P 600	–	X	–	X?
Granice ziarna	P 600	–		X?	X
Struktura ziarna	P 600	–			X
Struktura pierwotna	P 600	–	X		X
Przygotowanie brzegów do spawania	P 600	X?	X	X?	X
Kierunek walcowania / wyciskania	P 600	–	X	–	X
Ukierunkowanie struktury	P 600	–	X	–	X
Segregacja	P 600	–	X	–	X
Wydzielenia	P 600	–		–	X
Naprawa i brak zgodności	P 600	X?	X	X?	X
Efekty oddziaływania ciepłno-mechanicznego	P 600	–	X	–	X
X – cecha ujawniana w sposób pewny					
X? – cecha, która może być ujawniana lub nie					

- Łomozik M.: *Makroskopowe i mikroskopowe badania metalograficzne materiałów konstrukcyjnych i ich połączeń spawanych*, Instytut Spawalnictwa, Gliwice, 2009.
- ASTM E407-07 Standard Practice for Microetching Metals and Alloys, 2015.
- PN-61/H-04502: Odczynniki do badania mikrostruktury metali i stopów nieżelaznych.
- PN-61/H-04503: Odczynniki do badania mikrostruktury stopów żelaza.
- PN-CR 12361: 2002: Badania niszczące spoin materiałów metalowych – Odczynniki do badań makroskopowych i mikroskopowych.
- PN-EN ISO 17639:2013-12: Badania niszczące spawanych złączy metali – Badania makroskopowe i mikroskopowe złączy spawanych.
- PN-EN ISO 6520-1:2009: Spawanie i procesy pokrewne. Klasyfikacja geometrycznych niezgodności spawalniczych w metalach, Część 1: Spawanie.
- PN-EN ISO 6520-2:2009: Spawanie i procesy pokrewne geometrycznych niezgodności spawalniczych w metalach, Część 2: Zgrzewanie.